

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-122563

(43)公開日 平成6年(1994)5月6日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B	35/80	A		
	35/48	C		
	35/56	1 0 1 L		
	35/58	1 0 2 M		
		1 0 4 P		

審査請求 未請求 請求項の数5(全5頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平4-272802

(22)出願日 平成4年(1992)10月12日

(71)出願人 000002130

住友電気工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(72)発明者 山川 晃

伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社伊丹製作所内

(74)代理人 弁理士 鎌田 文二 (外2名)

(54)【発明の名称】 セラミックス複合材料及びその製造方法

(57)【要約】

【目的】 構造材料や切削工具材料としての信頼性を高めたセラミックス複合材料を提供する。

【構成】 平均粒子径が10μm以下のセラミックスマトリックス粒子中に、Tiの化合物でその長径と短径の比率が平均で2以上ある異方性結晶の分散粒を1~50wt%含ませる。これにより、等軸晶粒子を用いるときよりもセラミックスの強化作用が高まって材料の強度、韌性が高まる。また、マトリックスのセラミックスがAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>やSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>の場合には切削工具に要求される耐摩耗性も確保される。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均粒子径が10μm以下のセラミックス粒子を主成分とし、このセラミックス粒子によるマトリックス中に、Tiの化合物でその長径と短径の比率が平均で2以上ある分散粒を1～50wt%含むことを特徴とするセラミックス複合材料。

【請求項2】 主成分のセラミックス粒子がAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、ZrO<sub>2</sub>、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>、AlNの中のどれかの粒子又はそれ等の混合粒子であり、分散粒はTiN、TiC、もしくは、TiCNを主成分とするウィスカーアーである請求項1記載のセラミックス複合材料。

【請求項3】 ウィスカーアーが平均アスペクト比10以上のものである請求項2記載のセラミックス複合材料。

【請求項4】 平均粒子径が10μm以下のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子又はSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>粒子を主成分とし、これ等の粒子によるマトリックス中に分散粒としてTiN、TiC、TiCNのウィスカーアーの少なくとも一種を1～50wt%含むことを特徴とする切削工具用セラミックス複合材料。

【請求項5】 平均粒径2.0μm以下のセラミックス粉末中に長径と短径の比率が平均で2以上のTi化合物を1～50wt%添加分散させた材料を、非酸化性雰囲気下で、加熱温度と加熱時間のコントロールによりTi化合物の粒成長を抑えながら焼結することを特徴とするセラミックス複合材料の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、強度、信頼性に優れ、構造材料等として広範の用途をもつセラミックス複合材料に関する。なお、一部の材料は耐摩耗性にも優れ、切削工具として用いた場合、格別の性能を示すものである。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、セラミックス材料の強度、韌性を改良する目的でセラミックスの複合化が行われて来た。例えば、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>基のセラミックスにTiC粒を複合化して強度を高めたものが切削工具として実用に供されている。また、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>粒子とSiCウィスカーアーの複合材料や、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>にTiN粒とSiCウィスカーアーを複合化した材料(特開平4-149062号)も開発されている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 上述した従来の複合材料のうち、粒子分散型のものは強度、韌性の改善が不充分である。また、ウィスカーフ分散型のものは強度の改善が充分でない。特に、切削工具として用いた場合には、どの材料も耐摩耗性が不満足なものになると言った問題が指摘されている。

【0004】 そこで、本発明は、これ等の不満を解消することを課題としている。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 上記の課題を解決するため、本発明においては、Ti化合物で長径と短径の比率(アスペクト化)が平均で2以上ある異方性の結晶を、平均粒子径が10μm以下のセラミックスマトリックス粒子中に分散させる。

【0006】 主体になるセラミックスのマトリックスは、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、ZrO<sub>2</sub>、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>、AlNの各粒子やこれ等の混合粒子で構成する。中でも、切削工具材料となす場合にはAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>又はSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>が望ましい。

【0007】 また、マトリックス中に分散させるTi化合物としては、TiN、TiC、TiCN又はこれ等の固溶体でその平均短径がマトリックス粒子径以下或いは2.0μm以下のものが好ましい結果を得る。これ等は適当なものを混合して添加してもよいが、粒そのものは、先に述べたように、長径と短径が平均で2以上の比をもつものが必要である。好ましくは、マトリックス粒子径以下或いは2.0μm径以下でアスペクト比が10以上のウィスカーアーがよい。さらに、必要に応じてMgO、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>などを添加してもよい。

【0008】 次に、上記のセラミックス複合材料を得るために、本発明の製造方法では、主成分のセラミックスについて平均粒子径が2.0μm以下の原料粉末を用いる。この粉末中に上述したTi化合物を添加して均一に分散させ、これを非酸化性雰囲気下で、加熱温度と加熱時間のコントロールによりTi化合物の粒成長を抑えながら焼結する。

## 【0009】

【作用】 分散粒であるTi化合物が従来の等軸晶粒子ではセラミックスマトリックスの強化作用が不充分になるが、本発明では長径と短径の比が2以上の異方性結晶を平均粒子径が10μm以下のセラミックス粒子によって構成される緻密な組織のマトリックス中に分散させてるので、等軸晶粒子を用いる場合よりも結晶の耐引き抜き力(アンカー効果)が高まり、また、異方性結晶そのものが欠陥が少なくて高強度であることもあって強度、韌性が高まる。Ti化合物の含有量は、1wt%以下では効果が小さいし、50wt%以上ではかえって材料の強度が低下する。同時にアスペクト比が大きい程、ウィスカーアーの引き抜き効果により材料の強度、韌性が増すが、このアスペクト比や粒サイズそのものが過大なものは均一分散が困難になる。

【0010】 切削工具に用いる場合に主成分のセラミックスについて、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>が望ましいとしたのは、ZrO<sub>2</sub>は熱伝導率が小さく熱衝撃に対する信頼性に劣り、また、AlNは耐摩耗性に劣るためであるが、これ等を使用したものも構造用材料としては問題がない。

【0011】 次に、製造時に用いるセラミックス原料粉

末が2.0  $\mu$ m以上の粗粒粉では得られる材料の組織が粗くなり、分散粒による効果も出難い。また、Ti化合物が焼結時に融合して粒成長した場合にも強度低下が起こるし、この化合物の酸化も強固な結合を害する。これに対し、本発明の製造方法では、平均粒子径が2.0  $\mu$ m以下のセラミックス原料粉末を用い、さらに、加熱の温度と時間をコントロールしながら非酸化性雰囲気中で焼結を行うので、焼結後の組織の緻密化を計り、同時にTi化合物の粒成長と酸化を抑えて、強度、韌性の高い材料を得ることができる。

【0012】なお、焼結条件（加熱の温度と時間）の適正値は、使用するセラミックスとTi化合物の種類、両者の混合比、混ざり具合、それ等の最初の粒径等によって変わる。従って、その値を具体的に特定することはできないが、後述の実施例から温度は1500～1900℃程度、時間は1時間前後が適当と考えられる。温度が高い程加熱時間は短くて済み、逆に加熱時間が長い程、温度は低くて済むが、温度が過大であると融合による粒成長が起こり、一方、時間が長くなると生産性が悪くなるので、条件の設定には充分に気を配る必要がある。

【0013】以下、実施例について説明する。

【0014】

【実施例】表1に示す配合の混合粉を作り、これをホッ

トプレス炉を用いて炉内に流した窒素ガス雰囲気中で同表に示す種々の温度条件（時間はいずれも1時間）にて200kg/cm<sup>2</sup>の加圧力でホットプレスした。得られた焼結体は50×50×4mmの寸法であり、これから曲げ試験片を切出し、3×4×35mmに研削加工してその試験片の曲げ強度とSEPB法（JIS）による破壊韌性値を求めた。

【0015】また、同じ条件で混合粉を焼結して12.7×12.7×4.75mmのSNGN120408のスローアウェイチップを得た。そして、このチップで下記条件にて切削加工を行い、30分切削後のフランク摩耗量を測定した。

【0016】これ等の測定結果を表2に示す。

【0017】－切削条件－

・被削剤	FC25
・切削速度	600m/min
・送り	0.5mm/rev
・切込み	2.0mm
・ホルダ	FN11R-44A
・切削油	水溶性

【0018】

【表1】

試料 No	原 料 配 合 組 成			焼結条件 (温度×時間)
	マトリクス(平均粒子径)	分散粒(wt%)	その他(wt%)	
* 1	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (0.5 μm)	TiC 粒 (30)	MgO (0.5)	1700°C × 1 h
2	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (0.5 μm)	TiC ウィスカ- A (30)	MgO (0.5)	1700°C × 1 h
3	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (0.5 μm)	TiC ウィスカ- A (30)	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (5)	1900°C × 1 h
4	AlN (0.5 μm)	TiC ウィスカ- A (30)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (3)	1800°C × 1 h
5	ZrO <sub>2</sub> (0.5 μm)	TiC ウィスカ- A (30)	O	1500°C × 1 h
* 6	SiC (0.5 μm)	TiC ウィスカ- A (30)	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (5)	1900°C × 1 h
7	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (0.5 μm)	TiC ウィスカ- A (15)	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (5)	1900°C × 1 h
8	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (0.5 μm)	TiC ウィスカ- A (2)	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (5)	1900°C × 1 h
* 9	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (0.5 μm)	O	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (5)	1900°C × 1 h
10	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (0.5 μm)	TiC ウィスカ- B (30)	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (5)	1900°C × 1 h
11	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (0.5 μm)	TiC 粒 (30)	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (5)	1900°C × 1 h
12	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (0.5 μm)	TiN ウィスカ- (30)	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (5)	1900°C × 1 h
* 13	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (2.5 μm)	TiN ウィスカ- (30)	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (5)	1900°C × 1 h
* 14	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (0.5 μm)	TiN ウィスカ- (30)	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (5)	2100°C × 1 h
15	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (0.5 μm)	TiCN 粒 (30)	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (5)	1900°C × 1 h

- TiC ウィスカ- A ..... 平均径1.0 μm、アスペクト比1.5
- TiC ウィスカ- B ..... 平均径1.0 μm、アスペクト比1.5
- TiN ウィスカ- ..... 平均径0.5 μm、アスペクト比1.5
- No 1 の TiC 粒 ..... 平均径1.0 μm の等軸晶粒子
- No 11 の TiC 粒 ..... 平均径0.5 × 2.5 μm、アスペクト比5
- No 15 の TiCN 粒 ..... 平均径1.0 × 5.0 μm、アスペクト比5

\* の No 1、6、9、13、14 は比較例

【0019】

【表2】

試料 No	焼結体特性			切削試験	
	密度 (g/cc)	曲げ強度 (GPa)	破壊革性 (MPa/ $m^{3/2}$ )	摩耗量 (mm)	欠け(最初に欠けるまでの時間)
*	1	4.25	0.5	3.5	—
	2	4.23	1.2	6.0	0.25
	3	3.82	1.3	8.6	0.20
	4	3.80	0.8	4.0	0.70
	5	5.65	1.5	10.0	0.55
*	6	3.70	0.5	3.5	—
	7	3.50	1.0	7.5	0.30
	8	3.30	0.9	7.0	0.35
*	9	3.25	0.5	5.5	0.90
	10	3.80	1.2	8.0	0.25
*	11	3.85	1.2	7.5	0.30
	12	3.80	1.4	8.9	0.21
*	13	3.65	0.5	3.5	—
	14	3.55	0.4	4.0	—
*	15	3.85	1.4	7.5	0.35

—は30分経過後も欠損なし

できる。

## 【0020】

【発明の効果】上記の試験結果から判るように、本発明の製造方法で得られる本発明のセラミックス複合材料は、強度、革性に優れ、構造材料として広い用途に利用

【0021】また、マトリックスに  $Al_2O_3$  や  $Si_3N_4$  を用いたものは耐摩耗性にも優れ、切削工具としても不満のない性能を期待できる。

フロントページの続き

(51) Int.C1.5

// C04B 35/10

識別記号 庁内整理番号

E 8924-4G

F I

技術表示箇所